

## PRODUCTION OF GLASS SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISK AND PRODUCTION OF MAGNETIC DISK

**Publication number:** JP10194788

**Publication date:** 1998-07-28

**Inventor:** ETO NOBUYUKI; TAKAHASHI KOJI

**Applicant:** HOYA CORP

**Classification:**

- international: **C03C21/00; C03C23/00; G11B5/84; C03C21/00; C03C23/00; G11B5/84;** (IPC1-7): C03C21/00; G11B5/84

- European:

**Application number:** JP19960359152 19961229

**Priority number(s):** JP19960359152 19961229

[Report a data error here](#)

### Abstract of JP10194788

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing a glass substrate for a magnetic disk, enabling to efficiently remove deposited melted salts and simultaneously prevent the deterioration of the surface of the glass substrate in a high level without damaging the glass substrate by immersing the glass substrate in a heated chemically reinforcing treatment liquid to reinforce the glass substrate, and subsequently treating the surface of the glass substrate with a heated acid. **SOLUTION:** This method for producing a glass substrate for a magnetic disk comprises immersing a glass substrate in a heated chemically treatment liquid to exchange ions contained in the surface layers of the glass substrate with ions contained in the chemically treatment liquid and subsequently treating the surface of the chemically reinforced glass substrate lifted from the chemically reinforcing treatment liquid with a heated acid. In the chemically reinforcing treatment process, the end surface of the glass substrate is preferably held for the chemical reinforcing treatment. The heating temperature of the heated acid is preferably a temperature (40 deg.C to the glass transition temperature) capable of inhibiting the elution of alkali ions from places near to the surfaces of the glass substrate.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-194788

(43)公開日 平成10年(1998) 7月28日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 3 C 21/00

1 0 1

C 0 3 C 21/00

1 0 1

G 1 1 B 5/84

G 1 1 B 5/84

Z

審査請求 有 請求項の数11 F D (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平8-359152

(22)出願日

平成8年(1996)12月29日

(71)出願人 000113263

ホーヤ株式会社

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

(72)発明者 江藤 伸行

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホー

ヤ株式会社内

(72)発明者 高橋 浩二

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホー

ヤ株式会社内

(74)代理人 弁理士 藤村 康夫

(54)【発明の名称】 磁気ディスク用ガラス基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法

(57)【要約】

【課題】 ガラス基板に損傷を与えることなく、析出溶融塩を効果的に除去でき、しかもそれと同時にガラス表面の変質を高いレベルで防止できる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法を提供する。

【解決手段】 化学強化処理液から引き上げたガラス基板の表面を、加熱された酸（例えば、100℃を超える熱濃硫酸など）で処理する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 加熱した化学強化処理液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板表層のイオンを化学強化処理液中のイオンでイオン交換してガラス基板を化学強化する工程と、

化学強化処理液から引き上げたガラス基板の表面を、加熱された酸で処理する工程とを含むことを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 2】 加熱された酸の加熱温度が、ガラス基板表面近傍のアルカリイオンの溶出を抑制しうる温度である 10 ことを特徴とする請求項 1 記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 3】 加熱された酸の加熱温度が、40℃以上であってガラス転移点以下であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 4】 加熱された酸の加熱温度が、80℃～300℃であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれか一項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 5】 加熱された酸の加熱温度が、100℃超 20 ～300℃であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれか一項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 6】 加熱された酸による処理時間が、1分～2時間であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれか一項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 7】 加熱された酸が、熱濃硫酸、100℃超で濃度 96% 以上の熱濃硫酸、あるいは、硫酸及び／又はリン酸を含む酸であることを特徴とする請求項 1～6 30 のいずれか一項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 8】 硫酸及び／又はリン酸が、過酸化水素を含むことを特徴とする請求項 7 記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 9】 化学強化処理液を塩の融点以上の温度に加熱して化学強化し、ガラス基板を引き上げ 300℃～150℃の温度まで徐冷し、これを冷媒に接触させてガラス基板を急冷し、その後加熱された酸による処理を行うことを特徴とする請求項 1～8 のいずれか一項に記載 40 の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 10】 磁気ディスク用ガラス基板が、磁気抵抗型ヘッドで再生される磁気ディスクに使用されるガラス基板であることを特徴とする請求項 1～9 のいずれか一項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法。

【請求項 11】 請求項 1～10 のいずれか一項に記載の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を用いて得られた磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ハードディスクなどに用いられる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法等に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気ディスク用ガラス基板としては、アルミニウム基板が多く用いられていたが、磁気ディスクの小型化、薄板化や磁気ヘッドの低浮上化の要請に伴い、アルミニウム基板に比べ小型化、薄板化が容易で平坦度が高く磁気ヘッドの低浮上化等が容易であるため、ガラス基板を用いる割合も増えてきている。

【0003】このように、ガラス基板を磁気ディスク用基板として用いる場合には、耐衝撃性や耐振動性を向上させ衝撃や振動によって基板が破損するのを防止する目的で、ガラス基板の表面に低温イオン交換法による化学強化処理を施すのが一般的である。

【0004】また、化学強化処理後のガラス基板には溶融塩が付着しているため、洗浄処理される。従来、化学強化処理後の磁気ディスク用ガラス基板の洗浄は、例えば、特開平 2-285508 号公報に記載されているように、アルカリ性洗浄剤、純水、有機溶剤等を用いて行われている。

【0005】ところで、磁気ディスクの高記録密度化に伴って、磁気ディスクと磁気ヘッドとの距離（スペーシング）は、益々狭い値が要求されてきている。したがって、磁気ディスク表面の突起の原因となるガラス基板上の異物の完全なる除去が急務の課題となっている。

【0006】また、ガラス基板上に磁性膜等を形成する前あるいは形成後に生ずるガラス表面の変質（やけ等）は、洗浄による表面清浄性や外部雰囲気にもよるが、ガラス基板表層のイオン種及びその濃度とも密接に関連し、磁気ディスクの使用環境下における耐候性や寿命ひいては磁気ディスクの信頼性に影響を及ぼす。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述した従来の洗浄処理だけでは、一定の洗浄効果が得られるものの、特に、化学強化処理液からガラス基板を引き上げた後に洗浄したとしても、ガラス基板上に残存する析出溶融塩の完全なる除去が困難であった。

【0008】また、上述した従来の洗浄処理だけでは、40 ガラス表面のやけ等の変質を高いレベルで防止するには十分でなかった。

【0009】本発明は上記問題点にかんがみてなされたものであり、ガラス基板に損傷を与えることなく、析出溶融塩を効果的に除去でき、しかもそれと同時にガラス表面の変質を高いレベルで防止できる磁気ディスク用ガラス基板の製造方法及び磁気ディスクの製造方法の提供を目的とする。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため 50 に本発明らは研究を重ねた結果、化学強化処理液から引

き上げられたガラス基板の表面を酸を含む洗浄剤で洗浄することによって、ガラス基板に損傷を与えることなく析出溶融塩を効果的に除去する技術を開発し、すでに出版を行っている（特願平7-191529号公報）。

【0011】そして、さらに研究を進めた結果、ガラス表面の変質を高いレベルで防止するためには、酸の温度及び濃度が重要であり、加熱された酸（特に100℃超の熱濃硫酸）でガラス表面を処理すると効果的であることを見出し本発明を完成するに至った。熱濃硫酸等でガラス表面を処理するとガラス表面の変質を高いレベルで防止できる理由は、ガラス表面が、 $\text{Si}-\text{O}-\text{Na}$ の非架橋状態から、 $\text{Si}-\text{O}-\text{Na}$ の $\text{Na}^+$ がヒドロニウムイオンとイオン交換されて水和状態になり、その後、加熱脱水によってシラノール基が形成され、そのシラノール基が脱水されてガラス表面で $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ の架橋化がなされるためであると考えられる。

【0012】本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、加熱した化学強化処理液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板表層のイオンを化学強化処理液中のイオンでイオン交換してガラス基板を化学強化する工程と、化学強化処理液から引き上げたガラス基板の表面を、加熱された酸で処理する工程とを含む構成としてある。

【0013】また、本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、上記磁気ディスク用ガラス基板の製造方法において、加熱された酸の加熱温度が、ガラス基板表面近傍のアルカリイオンの溶出を抑制する温度である構成、加熱された酸の加熱温度が、40℃以上であってガラス転移点以下である構成、加熱された酸の加熱温度が、80℃～300℃である構成、加熱された酸の加熱温度が、100℃超～300℃である構成、加熱された酸による処理時間が、1分～2時間である構成、加熱された酸が、熱濃硫酸、100℃超で濃度96%以上の熱濃硫酸、あるいは、硫酸及び／又はリン酸を含む酸である構成、硫酸及び／又はリン酸が、過酸化水素を含む構成、化学強化処理液を塩の融点以上の温度に加熱して化学強化し、ガラス基板を引き上げ300℃～150℃の温度まで徐冷し、これを冷媒に接触させてガラス基板を急冷し、その後加熱された酸による処理を行う構成、あるいは、磁気ディスク用ガラス基板が、磁気抵抗型ヘッドで再生される磁気ディスクに使用されるガラス基板である構成としてある。

【0014】さらに、本発明の磁気ディスクの製造方法は、上記磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を用いて得られた磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成する構成としてある。

#### 【0015】

【作用】本発明では、化学強化処理液から引き上げられたガラス基板を加熱された酸で処理しているので、ガラス基板に損傷を与えることなく、析出溶融塩を効果的に除去できる。それと同時に、加熱された酸の温度及び濃

度を制御することによって、ガラス表面の変質を高いレベルで防止できる。

【0016】さらに、本発明の磁気ディスクの製造方法によれば、析出溶融塩が完全に除去されているとともに表面にガラス基板の損傷による微細なキズのない磁気ディスク用ガラス基板を使用しているので、欠陥の少ない高品質の磁気ディスクを高歩留まりで製造できると同時に、ガラス表面の変質を高いレベルで防止できる磁気ディスク用ガラス基板を使用しているので、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有する磁気ディスクを製造できる。また、析出溶融塩の除去とガラス表面の変質防止を一つの酸処理工程で行えるので、プロセスの効率が非常に良い。

#### 【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

【0018】本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法においては、まず、加熱した化学強化処理液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板表層のイオンを化学強化処理液中のイオンでイオン交換してガラス基板を化学強化する。

【0019】ここで、イオン交換法としては、低温型イオン交換法、高温型イオン交換法、表面結晶化法、ガラス表面の脱アルカリ法などが知られているが、ガラス転移点（ガラスの軟化）の観点から、低温型イオン交換法を用いることが好ましい。

【0020】低温型イオン交換法は、ガラスの転移温度（ $T_g$ ）以下の温度域で、ガラス中のアルカリイオンを、それよりもイオン半径の大きいアルカリイオンと置換し、イオン交換部の容積増加によってガラス表層に強い圧縮応力を発生させてガラス表面を強化する方法である。

【0021】化学強化処理液としては、硝酸カリウム（ $\text{KNO}_3$ ）、硝酸ナトリウム（ $\text{NaNO}_3$ ）、炭酸カリウム（ $\text{K}_2\text{CO}_3$ ）などの溶融塩や、これらの塩を混合したもの（例えば、 $\text{KNO}_3 + \text{NaNO}_3$ 、 $\text{KNO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$ など）の溶融塩、あるいは、これらの塩に $\text{Cu}$ 、 $\text{Ag}$ 、 $\text{Rb}$ 、 $\text{Cs}$ などのイオンの塩を混合したものの溶融塩等が挙げられる。

【0022】加熱温度は、ガラス転移点の観点から、350℃～650℃、特に350℃～500℃、さらには350℃～450℃であることが好ましい。

【0023】浸漬時間は、抗折強度と圧縮応力層の観点から、1時間～20時間程度とすることが好ましい。

【0024】ガラス基板表層に形成する圧縮応力層の厚さは、耐衝撃性や耐振動性を高めるという観点から、60～300 $\mu\text{m}$ 程度とすることが好ましい。

【0025】なお、ガラス基板を溶融塩に浸漬する前に、ガラス基板の割れやひびを防止するため、ガラス基板を200～350℃に予熱しておくことが好ましい。

【0026】化学強化工程においては、ガラス基板を端

面で保持して化学強化を行うことが好ましい。これは、ガラス基板の表面全体を化学強化するためである。

【0027】本発明では、上記化学強化の後、化学強化処理液からガラス基板を引き上げ、熱歪みの発生を抑えることができるように所定温度まで徐冷することが好ましい。このように徐冷することにより、熱歪みによるダメージを回避できる。

【0028】ガラス基板を徐冷する速度は、 $2^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 100^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、特に $5^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 60^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、さらには $10^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 50^{\circ}\text{C}/\text{分}$ であることが好ましい。

【0029】本発明では、上記徐冷の後、例えば、ガラス基板表面に析出する熔融塩の結晶化を阻止する速度でガラス基板を急冷することが好ましい。このように、ガラス基板を急冷すると、析出する熔融塩が脆弱となり、後述する加熱された酸による処理工程やその後の洗浄工程において熔融塩の除去が容易となる。

【0030】ガラス基板を急冷する速度は、 $1600^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 200^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、特に $1200^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 300^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、さらには $800^{\circ}\text{C}/\text{分} \sim 400^{\circ}\text{C}/\text{分}$ であることが好ましい。

【0031】ガラス基板の急冷は、ヒートショック（不良品識別）の観点から、好ましくは $100^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ 、さらに好ましくは $40^{\circ}\text{C} \sim 10^{\circ}\text{C}$ の冷媒に接触させて行うことが好ましい。

【0032】ガラス基板を冷媒に接触させる時間は、析出熔融塩の洗浄性の観点から、10分～60分程度であることが好ましい。

【0033】冷媒としては、水、温水、溶液などの液体冷媒、窒素ガス、水蒸気、冷却空気などの気体冷媒のほか、エアの吹き付けなどが挙げられる。

【0034】本発明では、化学強化処理後のガラス基板の表面を、加熱された酸で処理することを特徴とする。

【0035】その際、加熱された酸の種類や温度及び濃度等を制御することによって、ガラス基板に付着した析出熔融塩を除去すると同時に、ガラス表面の変質を高いレベルで防止しうる表面状態とする。

【0036】加熱された酸による処理によって、ガラス表面の変質（やけ等）を高いレベルで防止できる理由は完全には明らかではないが、ガラス表面が、 $\text{Si}-\text{O}-\text{Na}$ の非架橋状態から、 $\text{Si}-\text{O}-\text{Na}$ の $\text{Na}^{+}$ がヒドロニウムイオンとイオン交換されて水和状態になり、その後、加熱脱水によってシラノール基が形成され、そのシラノール基が脱水されてガラス表面で $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ の架橋化がなされるためであると考えられる。

【0037】加熱された酸の加熱温度は、ガラス基板表面近傍のアルカリイオンの溶出を抑制しうる温度であればよい。加熱された酸の加熱温度は、 $40^{\circ}\text{C} \sim$ ガラス転移点程度の温度が好ましく、 $80^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 程度がさらに好ましく、 $100^{\circ}\text{C}$ 超 $\sim 300^{\circ}\text{C}$ 程度がより以上に好ましい。

【0038】加熱された酸の加熱温度が低いとガラス表面で $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ の架橋化がなされないためガラス表面が変質しやすくなる。また、 $300^{\circ}\text{C}$ を超えるとガラス基板中の $\text{K}$ イオンが基板内部に移動するため、ガラス基板の強度が低下する。

【0039】なお、加熱された酸の加熱温度が $100^{\circ}\text{C}$ を超えると、ガラス基板表面の変質防止能力が飛躍的に向上する。

【0040】加熱された酸による処理時間は、1分～2時間程度が好ましい。熱濃硫酸を用いる場合は1分～1時間程度が好ましい。

【0041】加熱された酸による処理は、例えば、熱濃硫酸（例えば、濃度96%以上の濃硫酸）、加熱した硫酸、リン酸、硝酸、フッ酸、塩酸などの酸や、これらの酸の混酸、あるいはこれらの酸にこれらの酸の塩（フッ化アンモニウム、硝酸カリウムなど）を加えた処理液にガラス基板を浸漬して行う。この場合、超音波を印加しつつ処理を行ってもよい。

【0042】なお、これらの酸のうちでも、析出熔融塩の除去及びガラス表面の変質防止の面で、熱濃硫酸（例えば、 $100^{\circ}\text{C}$ 超の濃度96%以上の熱濃硫酸）、あるいは、硫酸及び/又はリン酸を含む酸が好ましい。この場合、硫酸及び/又はリン酸を含む酸に、過酸化水素を加え反応により発熱させて処理を行うと、処理効果が向上するので好ましい。

【0043】加熱された酸による処理は、同一又は異なる酸の処理層を複数設け、ガラス基板を順次浸漬して行なってもよい。この場合、酸の温度や濃度を異ならしめても良い。

【0044】酸の濃度は、析出熔融塩の除去及びガラス表面の変質防止を考慮して決定される。使用する酸によって最適濃度が異なるが、例えば、硫酸を用いる場合は、50wt%以上が好ましく、95wt%以上がさらに好ましい。

【0045】上述した加熱された酸による処理の後に、市販の洗浄剤（中性洗剤、界面活性剤、アルカリ性洗剤など）による洗浄、スクラブ洗浄、純水洗浄、溶剤洗浄、溶剤蒸気乾燥、遠心分離乾燥等の公知の洗浄処理を行っても良い。また、各洗浄では、加熱や超音波印加を行ってもよい。

【0046】超音波は、ある周波数範囲で発振する多周波数型のもの、あるいは、一定の周波数で発振する固定周波数型のもののいずれであってもよい。周波数は低いほど洗浄効果は高いが、ガラス基板に与えるダメージも大きくなるので、これらのことを考慮して決定する。

【0047】蒸気乾燥は、乾燥速度が速いので乾燥によるシミが発生しにくい。蒸気乾燥に用いる溶剤としては、イソプロピルアルコール、フロン、アセトン、メタノール、エタノールなどが挙げられる。

【0048】ガラス基板としては、イオン交換可能なガ

ラス基板であれば特に制限されない。また、ガラス基板のサイズ、厚さ等は特に制限されない。

【0049】ガラス基板の材質としては、例えば、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス、ソーダアルミノケイ酸ガラス、アルミノボロシリケートガラス、ボロシリケートガラス、石英ガラス、チェンシリケートガラスなどが挙げられる。なお、アルミノシリケートガラスは、酸処理による影響が少なく、耐衝撃性や耐振動性に優れるため特に好ましい。

【0050】アルミノシリケートガラスとしては、 $\text{SiO}_2$ : 62~75重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 5~15重量%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 4~10重量%、 $\text{Na}_2\text{O}$ : 4~12重量%、 $\text{ZrO}_2$ : 5.5~15重量%を主成分として含有するとともに、 $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.5~2.0、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.4~2.5である化学強化用ガラス、あるいは、 $\text{SiO}_2$ : 62~75重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 5~15重量%、 $\text{B}_2\text{O}_3$ : 0.5~5重量%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 4~10重量%、 $\text{Na}_2\text{O}$ : 4~12重量%、 $\text{MgO}$ : 0.5~5重量%、 $\text{CaO}$ : 0.5~5重量%、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ : 0.01~1.0重量%を主成分として含有する化学強化用ガラス等が好ましい。

【0051】また、 $\text{ZrO}_2$ の未溶解物が原因で生じるガラス基板表面の突起をなくすためには、モル%表示で、 $\text{SiO}_2$ を57~74%、 $\text{ZnO}_2$ を0~2.8%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ を3~15%、 $\text{LiO}_2$ を7~16%、 $\text{Na}_2\text{O}$ を4~14%含有する化学強化用ガラス等を使用することが好ましい。

【0052】このような組成のアルミノシリケートガラスは、化学強化することによって、圧縮応力、引張応力、圧縮応力層の深さの三者をバランス良く制御できるとともに、抗折強度や、耐熱性に優れ、高温環境下であってもNa等の析出がほとんどないとともに平坦性を維持し、スラップ硬度にも優れる。

【0053】上記本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、光磁気ディスク用のガラス基板や、異常突起物や微細なキズ及びガラス基板の変質を嫌う光メモリディスクなどの電子光学用ディスク基板の処理及び表面改質処理方法としても利用できる。

【0054】次に、本発明の磁気ディスクの製造方法について説明する。

【0055】本発明の磁気ディスクの製造方法は、上述した磁気ディスク用ガラス基板の製造方法を用いて得られた磁気ディスク用ガラス基板上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする。

【0056】本発明では、表面にヤケ等のないガラス基板を使用しているため、磁気ディスクとしても高品質である。すなわち、従来に比べはるかに表面状態の良いガラス基板を使用することによって、磁気ディスクとした場合にヤケ等による異物に起因するベドクラッシュを起こすことがなく、磁性層等の膜にヤケ等に起因する欠

陥が発生しエラーの原因となるということもない。同様に、析出溶解塩に起因するベドクラッシュを起こすことがない。

【0057】また、ガラス表面の変質を高いレベルで防止できる磁気ディスク用ガラス基板を使用しているため、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有する磁気ディスクを製造できる。

【0058】磁気記録媒体は、通常、磁気ディスク用ガラス基板上に、下地層、磁性層、凹凸形成層、保護層、潤滑層等を必要に応じ順次積層して製造する。

【0059】磁気記録媒体における下地層は、磁性層に応じて適宜選択される。下地層としては、例えば、Cr、Mo、Ta、Ti、W、V、B、Alなどの非磁性金属から選ばれる少なくとも一種以上の材料からなる下地層等が挙げられる。Coを主成分とする磁性層の場合には、磁気特性向上等の観点から、Cr単体やCr合金であることが好ましい。また、下地層は単層とは限らず、同一又は異種の層を積層した複数層構造とすることもできる。例えば、Cr/Cr、Cr/CrMo、Cr/CrV、CrV/CrV、Al/Cr/CrMo、Al/Cr/Cr等の多層下地層等が挙げられる。

【0060】磁性層の材料は特に制限されない。

【0061】磁性層としては、具体的には、例えば、Coを主成分とするCoPt、CoCr、CoNi、CoNiCr、CoCrTa、CoPtCr、CoNiPt、CoNiCrPt、CoNiCrTa、CoCrPtTa、CoCrPtSiOなどの磁性薄膜が挙げられる。また、磁性層を非磁性膜（例えば、Cr、CrMo、CrVなど）で分割してノイズの低減を図った多層構成（例えば、CoPtCr/CrMo/CoPtCr、CoCrTaPt/CrMo/CoCrTaPtなど）としてもよい。

【0062】また、磁性層としては、上述したCo系のほか、例えば、フェライト系、鉄-希土類系や、 $\text{SiO}_2$ 、BNなどからなる非磁性膜中にFe、Co、CoFe、CoNiPt等の磁性粒子が分散された構造のグラニューラなどが挙げられる。磁性層は、内面型、垂直型のいずれであってもよい。

【0063】凹凸形成層は、媒体表面の凹凸を制御する目的で設けられる。凹凸形成層の形成方法や材料等は特に制限されない。また、凹凸形成層の形成位置も特に制限されない。

【0064】この凹凸形成層は、非接触型記録方式磁気ディスク装置用の磁気記録媒体の場合、媒体表面に凹凸形成層の凹凸に起因した凹凸を形成し、この媒体表面の凹凸によって、磁気ヘッドと磁気記録媒体との吸着を防止し、CSS耐久性を向上させる目的で形成される。

【0065】なお、接触型記録方式磁気ディスク装置用の磁気記録媒体の場合には、磁気ヘッドや磁気記録媒体の損傷を避けるため媒体表面はできるだけ平坦であるこ

とが好ましいので、凹凸形成層を設ける必要はない。

【0066】凹凸形成層の表面粗さは、 $Ra=10\sim50$ オングストロームであることが好ましい。より好ましい範囲は、 $Ra=10\sim30$ オングストロームである。

【0067】 $Ra$ が10オングストローム未満の場合、磁気記録媒体表面が平坦に近いため、磁気ヘッドと磁気記録媒体とが吸着し、磁気ヘッドや磁気記録媒体が傷ついてしまったり、吸着によるヘッドクラッシュを起こし致命的な損傷を受けるので好ましくない。また、 $Ra$ が50オングストロームを越える場合、グライドハイトが

大きくなり記録密度の低下を招くので好ましくない。

【0068】凹凸形成層の材質及び形成方法は多種知られており、特に制限されない。凹凸形成層の材質としては、Al、Ti、Cr、Ag、Nb、Ta、Bi、Si、Zr、Cu、Ce、Au、Sn、Pd、Sb、Ge、Mg、In、W、Pb等の金属やそれらの合金、又はそれら金属や合金の酸化物、窒化物、炭化物を使用することができる。形成が容易である等の観点からは、Al単体やAl合金、酸化Al ( $Al_2O_3$ など)、窒化Al ( $AlN$ など)といったAlを主成分とする金属であることが望ましい。

【0069】凹凸形成層は、連続したテクスチャー膜としてもよく、離散的に分布した島状突起で構成してもよい。この島状突起の高さは、100～500オングストロームであることが好ましく、100～300オングストロームであることがより好ましい。

【0070】上述した凹凸形成層の表面粗さ及び凹凸(突起)の高さは、凹凸形成層の材質及びその組成、熱処理条件等によって制御できる。

【0071】他の凹凸形成方法としては、機械的研磨によるテクスチャー加工、化学的エッチングによるテクスチャー加工、エネルギービーム照射によるテクスチャー加工などが挙げられ、それらの方法を組み合わせることもできる。

【0072】保護層としては、例えば、Cr膜、Cr合金膜、カーボン膜、ジルコニア膜、シリカ膜等が挙げられる。これらの保護膜は、下地層、磁性層等とともにインライン型又は静置対向型スパッタリング装置で連続して形成できる。また、これらの保護膜は、単層であつてもよく、あるいは、同一又は異種の膜からなる多層構成としてもよい。

【0073】上記保護層上に、あるいは上記保護層に替えて、他の保護層を形成してもよい。例えば、上記保護層の代わりに、テトラアルコキシランをアルコール系の溶媒で希釈した中に、コロイダルシリカ微粒子を分散して塗布し、さらに焼成して酸化ケイ素 ( $SiO_2$ ) 膜を形成してもよい。この場合、保護層と凹凸形成層の両方の機能を果たす。

【0074】潤滑層としては多種多様な提案がなされているが、一般的には、パーフルオロポリエーテル (PF

PE) 等からなる液体潤滑剤を、媒体表面にディッピング法 (浸漬法)、スピコート法、スプレー法等によって塗布し、必要に応じ加熱処理を行って形成する。

【0075】

【実施例】以下、実施例にもとづき本発明をさらに具体的に説明する。

【0076】実施例1

【0077】本実施例における磁気ディスク用ガラス基板の製造方法は、大別すると (1) 研削、研磨工程、(2) 化学強化工程、(3) 冷却工程、(4) 加熱した酸による処理工程に分けられる。

【0078】(1) 研削、研磨工程

まず、溶解成形法によってアルミノシリケートガラスからなるシートガラスを形成する。アルミノシリケートガラスとしては、モル%表示で、 $SiO_2$ を57～74%、 $ZnO_2$ を0～2.8%、 $Al_2O_3$ を3～15%、 $LiO_2$ を7～16%、 $Na_2O$ を4～14%主成分として含有する化学強化用ガラスを使用した。

【0079】次いで、研削砥石を使ってシートガラスから円盤状にガラスを切り出す。次に、砂かけによって表面と裏面を研削する。そして円盤状にガラス基板の中央部を穿孔し、砥石で穿孔された内周面と外周面を研磨して外径寸法及び内径寸法を定めるとともに、内周面と外周面の面取りを行う。そして、研磨工程の最後として表面及び裏面に精密研磨を施して仕上げる。このようにして円盤状ガラス基板を得た。

【0080】(2) 化学強化工程

次に、上記研削、研磨工程を終えたガラス基板を洗浄後、化学強化を施した。化学強化は、硝酸カリウム (60%) と硝酸ナトリウム (40%) を混合した化学強化処理液を用意し、この化学強化処理液を400℃に加熱し、300℃に予熱された洗浄済みのガラス基板を約3時間浸漬して行った。この浸漬の際に、ガラス基板の表面全体が化学強化されるようにするため、複数のガラス基板が端面で保持されるようにホルダーに収納した状態で行った。

【0081】このように、化学強化処理液に浸漬処理することによって、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンは、化学強化処理液中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれ置換されガラス基板は強化される。ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約100～200 $\mu m$ であった。

【0082】(3) 冷却工程

上記化学強化を終えたガラス基板を、第一、第二徐冷室で順次徐冷する。まず、化学強化処理液からガラス基板を引き上げ、300℃に加熱されている第一徐冷室に移送し、この中で約10分間保持して300℃にガラス基板を徐冷する。ついで、第一徐冷室から200℃に加熱されている第二徐冷室にガラス基板を移送し、300℃から200℃までガラス基板を徐冷する。このように二



段階に分けて徐冷することにより、熱歪みによるダメージからガラス基板を開放できる。次に、上記徐冷を終えたガラス基板を、20℃の水槽に浸漬して急冷し約20分間維持した。

【0083】(4)加熱した酸による処理工程  
上記冷却工程を終えたガラス基板を、約200℃に加熱した濃度96wt%の熱濃硫酸に5分間浸漬して加熱した酸による処理を行い、析出溶解塩の除去及びガラス表面の変質防止処理を同時に行った。

【0084】次いで、ガラス基板を、中性洗剤、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。なお、各洗浄槽には超音波（周波数40kHz）を印加した。

【0085】以上の工程を経て製造された磁気ディスク用ガラス基板の表面を、顕微鏡で検査したところ、5μm以上のアルカリ溶出によるヤケは発見されなかった。これに対して、加熱された酸による処理を行わないものは5μm以上ヤケが数十～数百個認められた。

【0086】また、温度85℃、湿度85%の高温多湿環境試験を120時間実施したところ、やけ等のガラス基板表面の変質は認められなかった。

【0087】(5)磁気ディスク製造工程  
上述した工程を経て得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、インライン式のスパッタリング装置を用いて、Cr下地層、CrMo下地層、CoPtCr磁性層、C保護層を順次成膜して磁気ディスクを得た。

【0088】得られた磁気ディスクについて、耐候性及び寿命を調べるたところ、ガラス基板表面の変質に起因する磁性膜等の劣化や欠陥は認められなかった。

【0089】また、得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒット（ヘッドが磁気ディスク表面の突起にかさること）やクラッシュ（ヘッドが磁気ディスク表面の突起に衝突すること）は認められなかった。また、磁性層等の膜に欠陥が発生していないことも確認できた。

#### 【0090】実施例2

約120℃に加熱した濃度8wt%の硫酸に20分間浸漬し、超音波（周波数40kHz）をかけながら酸処理を行ったこと以外は実施例1と同様にして、磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを得た。

【0091】その結果、実施例1とほぼ同様の効果が得られた。

#### 【0092】実施例3

硫酸洗浄の代わりに、約40℃に加熱した濃度10wt%のリン酸に2分浸漬し、超音波（周波数32kHz）をかけながら酸処理を行ったこと以外は実施例1と同様にして、磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを得た。

【0093】その結果、硫酸洗浄に比べやや効果が少な

かった。

#### 【0094】実施例4～5

濃度35wt%の過酸化水素を酸に加えたこと以外は実施例2～3と同様にして、磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを得た。

【0095】その結果、実施例2～3と同様の効果が得られた。

#### 【0096】実施例6～7

アルミノシリケートガラスの代わりにソーダライムガラス（実施例6）、ソーダアルミノケイ酸ガラス（実施例7）を用いたこと以外は実施例1と同様にして、磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを得た。

【0097】その結果、アルミノシリケートガラスに比べ圧縮応力層は浅くなるが、実用上問題はなかった。

#### 【0098】実施例8

実施例1で得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、Al（膜厚50オングストローム）/Cr（1000オングストローム）/CrMo（100オングストローム）からなる下地層、CoPtCr（120オングストローム）/CrMo（50オングストローム）/CoPtCr（120オングストローム）からなる磁性層、Cr（50オングストローム）保護層をインライン型スパッタ装置で形成した。

【0099】上記基板を、シリカ微粒子（粒径100オングストローム）を分散した有機ケイ素化合物溶液（水とIPAとテトラエトキシシランとの混合液）に浸し、焼成することによってSiO<sub>2</sub>からなる保護層を形成し、さらに、この保護層上をパーフロロポリエーテルからなる潤滑剤でディップ処理して潤滑層を形成して、MRヘッド用磁気ディスクを得た。

【0100】また、耐候性及び寿命を調べたところ、ガラス基板表面の変質に起因する磁性膜等の劣化や欠陥は認められなかった。

【0101】さらに、得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒットやクラッシュは認められなかった。また、磁性層等の膜に欠陥が発生していないことも確認できた。

#### 【0102】実施例9

下地層をAl/Cr/Crとし、磁性層をCoNiCrTaとしたこと以外は実施例7と同様にして薄膜ヘッド用磁気ディスクを得た。

【0103】上記磁気ディスクについて実施例8と同様のことが確認された。

#### 【0104】比較例1

冷却工程を終えたガラス基板を加熱された酸の代わりに97℃の温水中に5時間浸漬したこと以外は実施例1と同様にして、磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを得た。

【0105】磁気ディスク用ガラス基板の表面を、実施例1と同様に顕微鏡検査したところ、5μm以上ヤケが



数十～数百個認められた。また、得られた磁気ディスクについてその耐候性及び寿命を調べたところ、ガラス基板表面の変質に起因する磁性膜等の劣化や欠陥が認められた。さらに、得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒットやクラッシュが認められた。

【0106】以上好ましい実施例をあげて本発明を説明したが、本発明は必ずしも上記実施例に限定されるものではない。

【0107】例えば、加熱された酸の濃度、加熱温度、種類、浸漬時間等は実施例のものに限定されず要求品質レベル等に応じ適宜変更して実施できる。

【0108】

【発明の効果】以上説明したように本発明の磁気ディスク用ガラス基板の製造方法によれば、化学強化処理後に、ガラス基板を加熱された酸で処理しているので、ガラス基板に損傷を与えることなく、析出溶融塩を効果的

に除去できると同時に、ガラス表面の変質を防止できる。

【0109】また、加熱された酸の種類、温度及び濃度を制御することによって、ガラス表面の変質を高いレベルで防止できる。

【0110】さらに、本発明の磁気ディスクの製造方法によれば、析出溶融塩が完全に除去されているとともに表面にガラス基板の損傷による微細なキズのない磁気ディスク用ガラス基板を使用しているため、欠陥の少ない高品質の磁気ディスクを高歩留まりで製造できると同時に、ガラス表面の変質を高いレベルで防止できる磁気ディスク用ガラス基板を使用しているため、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有する磁気ディスクを製造できる。

【0111】また、析出溶融塩の除去とガラス表面の変質防止を一つの酸処理工程で行えるため、プロセスの効率が非常に良い。